

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-255560

(43)Date of publication of application : 11.09.2002

(51)Int.Cl.

C01G 49/06  
G11B 5/738

(21)Application number : 2001-388511

(71)Applicant : TODA KOGYO CORP

(22)Date of filing : 20.12.2001

(72)Inventor : HAYASHI KAZUYUKI  
IWASAKI KEISUKE  
ISHITANI SEIJI  
MORII HIROKO

(30)Priority

Priority number : 2000393712 Priority date : 25.12.2000 Priority country : JP

(54) HEMATITE POWDER FOR NON-MAGNETIC BASE LAYER OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM, NON-MAGNETIC BASE LAYER OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM, AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM USING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a hematite powder suitable for a non-magnetic powder for a non-magnetic base layer of a magnetic recording medium with which improvement of surface smoothness can be expected through the calendaring treatment.

SOLUTION: The hematite powder for the non-magnetic base layer of the magnetic recording medium comprises an aggregate having a structure in which acicular hematite particles having a means diameter of the long axis of 0.005 to 0.3  $\mu\text{m}$  and a mean diameter of the short axis of 0.0005 to 0.10  $\mu\text{m}$  are aligned in a direction, where the shrinkage of a coating film formed on a non-magnetic support by applying a non-magnetic coating containing the hematite powder is 9.0 to 20%. The magnetic recording medium comprises the non-magnetic base layer containing the hematite powder.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 15.10.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3763353

[Date of registration] 27.01.2006

[Number of appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-255560

(P2002-255560A)

(43) 公開日 平成14年9月11日 (2002.9.11)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 0 1 G 49/06		C 0 1 G 49/06	A 4 G 0 0 2
G 1 1 B 5/738		G 1 1 B 5/738	5 D 0 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2001-388511(P2001-388511)	(71) 出願人	000166443 戸田工業株式会社 広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号
(22) 出願日	平成13年12月20日 (2001. 12. 20)	(72) 発明者	林 一之 広島県大竹市明治新開1番4 戸田工業株式会社大竹創造センター内
(31) 優先権主張番号	特願2000-393712(P2000-393712)	(72) 発明者	岩崎 敬介 広島県大竹市明治新開1番4 戸田工業株式会社大竹創造センター内
(32) 優先日	平成12年12月25日 (2000. 12. 25)	(72) 発明者	石谷 誠治 広島県大竹市明治新開1番4 戸田工業株式会社大竹創造センター内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末及び該非磁性下地層用ヘマタイト粉末を用いた磁気記録媒体の非磁性下地層並びに磁気記録媒体

## (57) 【要約】

【課題】 本発明は、カレンダー処理による表面平滑性の向上が期待できる磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粉末として好適なヘマタイト粉末を提供する。

【解決手段】 平均長軸径が0.005～0.3 μmであって平均短軸径が0.0005～0.10 μmである針状ヘマタイト粒子が長軸方向に方向性をもって配列した構造を有する集合体からなるヘマタイト粉末であり、該ヘマタイト粉末を含有する非磁性塗料を、非磁性支持体上に形成したときの塗膜の収縮率が9.0～20%である磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末及び該ヘマタイト粉末を含有する非磁性下地層を有する磁気記録媒体である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均長軸径が0.005～0.3μmであって平均短軸径が0.0005～0.10μmである針状ヘマタイト粒子が長軸方向に方向性をもって配列した構造を有する集合体からなり、下記測定方法で測定した塗膜の収縮率が9.0～20%であるヘマタイト粉末であることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末。

①ヘマタイト粉末12gと結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量%とシクロヘキサノン70重量%）及びシク\*

ヘマタイト粉末

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂

シクロヘキサノン

メチルエチルケトン

トルエン

100重量部、

10重量部、

10重量部、

44.6重量部、

111.4重量部、

66.9重量部。

③次に、得られた非磁性塗料を、非磁性支持体上に、アプリケーションを用いて55μmの厚さに塗布し、乾燥させて塗膜を形成する。

④塗布後の乾燥させた塗膜を85℃、200kg/cmで4回カレンダー処理を行い、該塗膜のカレンダー処理前の膜厚 $t_0$ （μm）とカレンダー処理後の膜厚 $t_1$ （μm）とから下記式に従って塗膜の収縮率を求める。

$$\text{塗膜の収縮率}(\%) = \{(t_0 - t_1) / t_0\} \times 100$$

$t_0$ ：カレンダー前の非磁性下地層の厚み

$t_1$ ：カレンダー後の非磁性下地層の厚み

【請求項2】 ヘマタイト粉末のBET比表面積値が100～250m<sup>2</sup>/gであってシクロヘキサノンの吸液量が0.6ml/g以上であることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末。

【請求項3】 ヘマタイト粉末の大きさが平均長さ0.005～0.6μmであって平均幅0.001～0.40μmであることを特徴とする請求項1又は請求項2記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末。

【請求項4】 ヘマタイト粒子の表面が、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物から選ばれる少なくとも一種からなる表面被覆物によって被覆されていることを特徴とする請求項1乃至請求項3のいずれかに記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末。

【請求項5】 非磁性支持体上に形成される非磁性粉末と結合剤樹脂とを含む磁気記録媒体用非磁性下地層において、前記非磁性粉末が請求項1乃至請求項4のいずれかに記載の非磁性下地層用ヘマタイト粉末であることを特徴とする磁気記録媒体用非磁性下地層。

\*ロヘキサノンとを混合して混合物（固形分率72%）を得、この混合物を更にプラストミルで30分間混練して混練物を得る。

②前記混練物を1.5mmφガラスビーズ95g、追加の結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量%、溶剤（メチルエチルケトン：トルエン＝1：1）70重量%）、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンを下記配合割合となるように140mlガラス瓶に添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って非磁性塗料を得る。

【請求項6】 非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成される非磁性粉末及び結合剤樹脂を含む非磁性下地層及び該非磁性下地層の上に形成される磁性粒子粉末及び結合剤樹脂を含む磁気記録層からなる磁気記録媒体において、前記非磁性粉末が請求項1乃至請求項4のいずれかに記載の非磁性下地層用ヘマタイト粉末であることを特徴とする磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、カレンダー処理による表面平滑性の向上が期待できる磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粉末として好適なヘマタイト粉末を提供する。

【0002】

【従来の技術】 近年、ビデオ用、オーディオ用磁気記録再生用機器の長時間記録化、小型軽量化が進むにつれて、磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体に対する高性能化、即ち、高密度記録化、高出力特性、殊に周波数特性の向上、低ノイズ化の要求が強まっている。

【0003】 殊に、近時におけるビデオテープの高画像高画質化に対する要求は益々強まっており、従来のビデオテープに比べ、記録されるキャリアー信号の周波数が短波長領域に移行しており、その結果、磁気テープの表面からの磁化深度が著しく浅くなっている。

【0004】 短波長信号に対して、磁気記録媒体の高出力特性、殊に、S/N比を向上させるためには、磁気記録層の薄層化が強く要求されている。磁気記録層を薄層化するためには、磁気記録層を平滑にし、且つ、厚みむらを少なくする必要がある。そのためには、ベースフィルムの表面もまた平滑でなければならない。

【0005】 一般に磁気記録媒体は、ベースフィルム等の非磁性支持体上に磁性粒子粉末と結合剤樹脂を含む磁

気記録層を形成し、カレンダーをかけて表面平滑化処理を行うことにより磁気記録層の平滑化を行っている。

【0006】近年、磁気記録層の薄層化が一層進む中で、ベースフィルム等の非磁性支持体上に針状ヘマタイト粒子粉末等の非磁性粒子粉末を結合剤樹脂中に分散させてなる下地層（以下、「非磁性下地層」という。）を一層設けることにより、磁気記録層の表面性の悪化や電磁変換特性を劣化させる等の問題を解決することが提案され、実用化されている（特公平6-93297号公報、特開昭62-159338号公報、特開昭63-187418号公報、特開平4-167225号公報、特開平4-325915号公報、特開平5-73882号公報、特開平5-182177号公報）。

【0007】前記非磁性下地層を有する磁気記録媒体の場合には、非磁性支持体上に非磁性粉末と結合剤樹脂とを含有する非磁性下地層及び磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含有する磁気記録層を形成し、次いで、カレンダー処理を行い非磁性支持体の凹凸を非磁性下地層が吸収することによって、磁気記録層の表面平滑化を図っている。例えば、特開平5-12650号公報には、「……非磁性の緩衝層を設けることにより六方晶系フェライト磁性粉末を含む層が表面平滑化処理する際に直下の非磁性層がバッファー層として押しつぶされる。これにより下層（非磁性層のこと？）が吸収層として作用し、上層の六方晶系フェライト板状磁性粉を含む磁気記録層が平滑化されることになる。」と記載されている。

【0008】非磁性下地層の表面平滑性を改善するためには、分散性が優れていると共にカレンダー処理による表面平滑性の向上が期待できるヘマタイト粉末を用いることが好ましい。

【0009】従来、磁気記録媒体の諸特性改善のために、非磁性下地層用非磁性粒子粉末に対して種々の試みがなされており、例えば、特開平6-60362号公報にはA1化合物によって被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末からなる非磁性粒子粉末を含有する磁気記録媒体用非磁性下地層が記載されており、特開平10-334450号公報には磁気記録媒体の非磁性下地層に結晶学的なa軸方向に、同一結晶面同士が3個以内で重なり接合している針状ゲータイト微粒子を用いた磁気記録媒体が記載されている。

【0010】

ヘマタイト粉末	
スルホン酸ナトリウム基を有する	
塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂	10重量部、
スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂	10重量部、
シクロヘキサノン	44.6重量部、
メチルエチルケトン	111.4重量部、
トルエン	66.9重量部。

③次に、得られた非磁性塗料を、非磁性支持体上に、アブリケーターを用いて55μmの厚さに塗布し、乾燥さ

\*【発明が解決しようとする課題】表面平滑性がより優れた磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末として好適な針状ヘマタイト粒子粉末は現在最も要求されているところであるが、未だ得られていない。

【0011】即ち、前出特開平6-60362号公報記載のヘマタイト粒子粉末は、長軸方向に方向性をもって配列した構造を有しておらず、カレンダー処理による表面平滑効果が得られにくい。

【0012】また、特開平10-334450号公報記載のゲータイト粒子粉末を非磁性下地層用非磁性粉末として用いた場合には、ゲータイト粒子粉末の粒子表面に多量の結晶水を含んでいるために、結合剤樹脂や溶剤とのなじみが悪く、所望の分散度が得られにくい。

【0013】そこで、本発明は、表面平滑性に優れた磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適な分散性が優れていると共にカレンダー処理による表面平滑性の向上が期待できるヘマタイト粉末を得ることを技術的課題とする。

【0014】

【課題を解決する為の手段】前記技術的課題は、次の通りの本発明によって達成できる。

【0015】即ち、本発明は、平均長軸径が0.005~0.3μmであって平均短軸径が0.0005~0.10μmである針状ヘマタイト粒子が長軸方向に方向性をもって配列した構造を有する集合体からなり、下記測定方法で測定した塗膜の収縮率が9.0~20%であるヘマタイト粉末であることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末である（本発明1）。

①ヘマタイト粉末12gと結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量%とシクロヘキサノン70重量%）及びシクロヘキサノンとを混合して混合物（固形分率72%）を得、この混合物を更にブラストミルで30分間混練して混練物を得る。

②前記混練物を1.5mmφガラスビーズ95g、追加の結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量%、溶剤（メチルエチルケトン：トルエン=1：1）70重量%）、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンを下記配合割合となるように140mlガラス瓶に添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って非磁性塗料を得る。

40

\*

せて塗膜を形成する。

④塗布後の乾燥させた塗膜を85℃、200kg/cm

50

で4回カレンダー処理を行い、該塗膜のカレンダー処理前の膜厚 $t_0$  ( $\mu\text{m}$ )とカレンダー処理後の膜厚 $t_1$  ( $\mu\text{m}$ )とから下記式に従って塗膜の収縮率を求める。

$$\text{塗膜の収縮率}(\%) = \{(t_0 - t_1) / t_0\} \times 100$$

$t_0$  : カレンダー前の非磁性下地層の厚み

$t_1$  : カレンダー後の非磁性下地層の厚み

【0016】また、本発明は、ヘマタイト粉末のBET比表面積値が $100 \sim 250 \text{ m}^2/\text{g}$ であってシクロヘキサノンの吸液量が $0.6 \text{ ml/g}$ 以上であることを特徴とする本発明1の磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末である(本発明2)。

【0017】また、本発明は、ヘマタイト粉末の大きさが平均長さ $0.005 \sim 0.6 \mu\text{m}$ であって平均幅 $0.001 \sim 0.40 \mu\text{m}$ であることを特徴とする本発明1又は本発明2の磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末である(本発明3)。

【0018】また、本発明は、ヘマタイト粉末の表面が、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物から選ばれる少なくとも一種からなる表面被覆物によって被覆されていることを特徴とする本発明1乃至本発明3のいずれかの磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末である(本発明4)。

【0019】また、本発明は、非磁性支持体上に形成される非磁性粉末と結合剤樹脂を含む磁気記録媒体用非磁性下地層において、前記非磁性粉末が本発明1乃至本発明4のいずれかの非磁性下地層用ヘマタイト粉末であることを特徴とする磁気記録媒体用非磁性下地層である(本発明5)。

【0020】非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成される非磁性粉末及び結合剤樹脂を含む非磁性下地層及び該非磁性下地層の上に形成される磁性粒子粉末及び結合剤樹脂を含む磁気記録層からなる磁気記録媒体において、前記非磁性粉末が本発明1乃至本発明4のいずれかの非磁性下地層用ヘマタイト粉末であることを特徴とする磁気記録媒体である(本発明6)。

【0021】本発明の構成をより詳しく説明すれば次の通りである。

【0022】まず、本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末について述べる。

【0023】本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末は、複数個の針状ヘマタイト粒子が長軸方向に方向性をもって配列した集合体からなる。

【0024】本発明における針状ヘマタイト粒子は、平均長軸径が $0.005 \sim 0.3 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.008 \sim 0.25 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.01 \sim 0.2 \mu\text{m}$ である。

【0025】平均長軸径が $0.3 \mu\text{m}$ を超える場合に

は、粒子サイズが大きすぎるため、これを用いて非磁性下地層を形成した場合には、塗膜の表面平滑性が損なわれやすい。平均長軸径が $0.005 \mu\text{m}$ 未満の場合には、粒子の微細化による分子間力の増大により凝集を起こしやすいため、同一方向に配列した集合粒子を得ることが困難となる。

【0026】本発明における針状ヘマタイト粒子は、平均短軸径が $0.0005 \sim 0.1 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.0006 \sim 0.05 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.0007 \sim 0.02 \mu\text{m}$ である。

【0027】平均短軸径が $0.0005 \mu\text{m}$ 未満の場合には、粒子の微細化による分子間力の増大により凝集を起こしやすいため、長軸方向に配列した集合体を得ることが困難となる。平均短軸径が $0.1 \mu\text{m}$ 以上のものは、工業的に得ることが困難である。

【0028】本発明における針状ヘマタイト粒子は、軸比(平均長軸径と平均短軸径の比)(以下、「軸比」という。)が $3 \sim 30$ であり、好ましくは $5 \sim 28$ 、より好ましくは $10 \sim 25$ である。

【0029】軸比が3未満の場合及び30を超える場合には、得られる非磁性下地層の塗膜強度が小さくなる。

【0030】本発明における針状ヘマタイト粒子は、粒子内部にアルミニウムを含有させてもよい。粒子内部にアルミニウムを含有させた針状ヘマタイト粒子を用いることによって、得られる磁気記録媒体の耐久性が向上する。粒子内部に含有させるアルミニウム量は、A1換算で $0.05 \sim 50$ 重量%が好ましく、より好ましくは $0.05 \sim 40$ 重量%である。

【0031】本発明に係るヘマタイト粉末は、平均長さが $0.005 \sim 0.6 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.01 \sim 0.45 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.02 \sim 0.3 \mu\text{m}$ である。平均長さが $0.6 \mu\text{m}$ を超える場合には、ヘマタイト粉末の粒子サイズが大きすぎるため、これを用いて非磁性下地層を形成した場合には、塗膜の表面平滑性が損なわれやすい。平均長さが $0.005 \mu\text{m}$ 未満の場合には、粒子の微細化による分子間力の増大により凝集を起こしやすいため、非磁性塗料の製造時におけるビヒクル中への分散性が低下する。

【0032】本発明に係るヘマタイト粉末は、平均幅が $0.001 \sim 0.40 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.002 \sim 0.30 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.004 \sim 0.20 \mu\text{m}$ である。平均幅が $0.001 \mu\text{m}$ 未満の場合には、粒子の微細化による分子間力の増大により凝集を起こしやすいため、非磁性塗料の製造時におけるビヒクル中への分散性が低下する。

【0033】本発明に係るヘマタイト粉末は、平均長さと平均幅との比が $1.5 \sim 15$ 、好ましくは $2.0 \sim 12.5$ 、より好ましくは $2.5 \sim 10$ である。平均長さと平均幅との比が15を超える場合には、粒子の絡み合いが多くなり、非磁性塗料の製造時におけるビヒクル中

への分散性が悪くなったり、粘度が増加する場合がある。平均長さと平均幅との比が1.5未満の場合には、非磁性塗料の製造時におけるビヒクル中への分散性が低下する。

【0034】本発明に係るヘマタイト粉末は、下記測定方法で測定した収縮率が9.0~20%、好ましくは9.5~19%である。

【0035】①ヘマタイト粉末12gと結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量%とシクロヘキサノン70重量%\*10

ヘマタイト粉末	100.0重量部
スルホン酸ナトリウム基を有する	
塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂	10.0重量部
スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂	10.0重量部
シクロヘキサノン	44.6重量部
メチルエチルケトン	111.4重量部
トルエン	66.9重量部

③次に、得られた非磁性塗料を非磁性支持体上にアプリケーションを用いて55μmの厚さに塗布し、乾燥させて非磁性下地層を形成する。

④塗布後の乾燥させた塗膜を85℃、200kg/cmで4回カレンダー処理を行い、該塗膜のカレンダー処理前の膜厚 $t_0$ （μm）とカレンダー処理後の膜厚 $t_1$ （μm）とから下記式に従って非磁性下地層の塗膜の収縮率（%）を求める。

塗膜の収縮率（%）=  $\{(t_0 - t_1) / t_0\} \times 100$

$t_0$ ：カレンダー前の非磁性下地層の厚み（μm）

$t_1$ ：カレンダー後の非磁性下地層の厚み（μm）

【0036】前記塗膜の収縮率が9.0%未満の場合には、カレンダー処理による十分な表面平滑効果が得られない。また、20%を超える場合には、塗膜の膜厚の変動が大きいため、磁気記録媒体の設計が困難となる。

【0037】本発明に係るヘマタイト粉末のBET比表面積値は100~250m<sup>2</sup>/gであることが好ましい。BET比表面積値が250m<sup>2</sup>/gを超える場合には塗膜中での充填状態が密になるため、カレンダー処理による表面平滑効果が得られにくい。100m<sup>2</sup>/g未満の場合には、粒子サイズが大きすぎるため、塗膜の表面平滑性向上の観点から好ましくない。得られる磁気記録媒体の表面平滑性を考慮すれば、BET比表面積値は100~225m<sup>2</sup>/gがより好ましく、更に好ましくは110.9~200m<sup>2</sup>/gである。

【0038】本発明に係るヘマタイト粉末のシクロヘキサノンの吸液量は0.6ml/g以上が好ましく、より好ましくは0.65~1.5ml/gである。0.6ml/g未満の場合には本発明における配列構造を有していないものと推定され、カレンダー処理による表面平滑効果が得られにくい。

【0039】殊に、磁気記録媒体の耐腐食性を考慮した

\*%）及びシクロヘキサノンとを混合して混合物（固形分率72%）を得、この混合物を更にブラストミルで30分間混練して混練物を得る。

②前記混練物を1.5mmφガラスビーズ95g、追加の結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量%、溶剤（メチルエチルケトン：トルエン=1：1）70重量%）、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンとともに140mlガラス瓶に添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って非磁性塗料を得る。

場合には、ヘマタイト粉末中の可溶性ナトリウム塩、可溶性硫酸塩等の含有量を低減した高純度化したヘマタイト粉末が好ましい。

【0040】高純度化したヘマタイト粉末は、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下が好ましく、より好ましくは200ppmである。また、可溶性硫酸塩の含有量はSO<sub>4</sub>換算で150ppm以下が好ましく、より好ましくは100ppm以下である。また、粉体pH値は8.0以上が好ましい。

【0041】本発明に係るヘマタイト粉末は、必要により、ヘマタイト粉末の表面がアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物から選ばれる少なくとも1種からなる表面被覆物によって被覆されているヘマタイト粉末は、ビヒクル中に分散させる場合に、結合剤樹脂とのなじみがよく、所望の分散度を得られ易い。

【0042】前記表面被覆物の量は、ヘマタイト粉末に対してアルミニウムの水酸化物やアルミニウムの酸化物はAl換算で、ケイ素の水酸化物やケイ素の酸化物はSiO<sub>2</sub>換算で、それぞれ0.01~50重量%が好ましい。0.01重量%未満の場合には、被覆による分散性向上効果がほとんどなく、50重量%を超える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以上に被覆する意味がない。ビヒクル中における分散性向上効果及び工業的な生産性を考慮すれば、0.05~20重量%がより好ましい。

【0043】アルミニウム化合物とケイ素化合物とを併せて使用する場合には、ヘマタイト粉末に対してAl換算量とSiO<sub>2</sub>換算量との総和で0.01~50重量%が好ましい。

【0044】本発明に係る表面被覆物で被覆されているヘマタイト粉末は、表面被覆物で被覆されていない本発

明に係るヘマタイト粉末とはほぼ同程度の粒子サイズ及びBET比表面積値を有している。

【0045】次に、本発明に係る磁気記録媒体について述べる。

【0046】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成された非磁性下地層及び該非磁性下地層上に形成された磁気記録層とからなる。

【0047】前記非磁性支持体としては、現在、磁気記録媒体に汎用されているポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリイミド等の合成樹脂フィルム、アルミニウム、ステンレス等金属の箔や板及び各種の紙を使用することができる。その厚みは、材質により種々異なるが、通常好ましくは1.0~300 $\mu$ m、より好ましくは2.0~200 $\mu$ mである。

【0048】なお、磁気ディスクの場合には、一般にポリエチレンテレフタレートが用いられ、その厚みは、通常50~300 $\mu$ m、好ましくは60~200 $\mu$ mである。磁気テープの場合には、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミドなどが用いられ、ポリエチレンテレフタレートの厚みは、通常3~100 $\mu$ m、好ましくは4~20 $\mu$ m、ポリエチレンナフタレートの厚みは、通常3~50 $\mu$ m、好ましくは4~20 $\mu$ m、ポリアミドの厚みは、通常2~10 $\mu$ m、好ましくは3~7 $\mu$ mである。

【0049】本発明における非磁性下地層は、本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末又は本発明に係る表面被覆物で被覆されている非磁性下地層用ヘマタイト粉末及び結合剤樹脂からなる。

【0050】結合剤樹脂としては、現在、磁気記録媒体の製造にあたって汎用されている塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ウレタン樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル-マレイン酸共重合体、ウレタンエラストマー、ブタジエン-アクリロニトリル共重合体、ポリビニルブチラール、ニトロセルロース等セルロース誘導体、ポリエステル樹脂、ポリブタジエン等の合成ゴム系樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイソシアネート、電子線硬化型アクリルウレタン樹脂等及びこれらの混合物を使用することができる。また、各結合剤樹脂には-OH、-COOH、-SO<sub>3</sub>M、-OPO<sub>2</sub>M<sub>2</sub>、-NH<sub>2</sub>等の極性基（但し、MはH、Na、Kである。）が含まれていてもよい。ヘマタイト粉末及び磁性粒子粉末のビヒクル中における分散性を考慮すれば、極性基として-COOH、-SO<sub>3</sub>Mが含まれている結合剤樹脂が好ましい。

【0051】本発明におけるヘマタイト粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対してヘマタイト粉末が5~2000重量部、好ましくは100~1000重量部である。

【0052】ヘマタイト粉末が5重量部未満の場合には、非磁性塗料中のヘマタイト粉末が少なすぎるため、塗膜を形成した時に、ヘマタイト粉末の連続分散した層が得られず、塗膜表面の平滑性及び塗膜の強度が不十分となる。2000重量部を超える場合には、結合剤樹脂の量に対してヘマタイト粉末が多すぎるため、非磁性塗料中でヘマタイト粉末が十分に分散されず、その結果、塗膜を形成した時に、十分な表面平滑性を有する塗膜が得られ難い。また、ヘマタイト粉末が結合剤樹脂によって十分にバインドされないため、得られた塗膜はもろいものとなりやすい。

【0053】非磁性支持体上に形成された非磁性下地層の塗膜厚さは、0.2~10 $\mu$ mであることが好ましい。0.2 $\mu$ m未満の場合には、非磁性支持体の表面粗さを改善することが困難となり、強度も不十分となりやすい。磁気記録媒体の薄層化及び塗膜の強度を考慮すれば、塗膜厚さはより好ましくは0.5~5 $\mu$ mである。

【0054】なお、非磁性下地層に、磁気記録媒体の製造に通常用いられている潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を添加してもよい。

【0055】粒子表面が前記表面被覆物によって被覆されていない本発明に係るヘマタイト粉末を用いた非磁性下地層は、塗膜の光沢度が180~300%、好ましくは185~300%であって、塗膜表面粗度Raが0.5~8.0nm、好ましくは0.5~7.5nmであって、塗膜の強度は、ヤング率（相対値）が126~160、好ましくは128~160であり、塗膜の収縮率は9.0~20%、好ましくは9.5~19%、より好ましくは10~18%である。

【0056】粒子表面が前記表面被覆物によって被覆されている本発明に係る非磁性粒子粉末を用いた非磁性下地層は、塗膜の光沢度が185~300%、好ましくは190~300%であって、塗膜表面粗度Raが0.5~7.5nm、好ましくは0.5~7.5nmであって、塗膜の強度は、ヤング率（相対値）が128~160、好ましくは130~160であり、塗膜の収縮率は9.5~20%、好ましくは10~19%、より好ましくは10.5~18%である。

【0057】本発明における磁気記録層は、磁性粒子粉末及び結合剤樹脂からなる。

【0058】磁性粒子粉末としては、マグヘマイト粒子粉末( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)やマグネタイト粒子粉末(FeO<sub>x</sub>·Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、0<x≤1)等の磁性酸化鉄粒子粉末にCo又はCo及びFeを被着させたCo被着型磁性酸化鉄粒子粉末、前記Co被着型磁性酸化鉄粒子粉末にFe以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B、希土類金属等の異種元素を含有させたCo被着型磁性酸化鉄粒子粉末、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末、鉄以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B、希土類金属等を含有する針状鉄合金磁性粒子粉末、Ba、S



r、又はBa-Srを含有するマグネトブランバイト型板状フェライト粒子粉末並びにこれらにCo、Ni、Zn、Mn、Mg、Ti、Sn、Zr、Nb、Cu、Mo等の2価及び4価の金属から選ばれた保磁力低減剤の1種又は2種以上を含有させた板状マグネトブランバイト型フェライト粒子粉末等のいずれかをを用いることができる。

【0059】なお、近年の短波長記録、高密度記録を考慮すれば、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末、鉄以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B、希土類金属等を含有する針状鉄合金磁性粒子粉末等が好ましい。

【0060】磁性粒子粉末は、平均長軸径（板状粒子の場合は平均板面径）が0.01~0.5 $\mu$ m、好ましくは0.03~0.3 $\mu$ mである。該磁性粒子粉末の粒子形状は針状もしくは板状が好ましい。ここで「針状」とは、文字通りの針状はもちろん、紡錘状や米粒状などを含む意味である。

【0061】また、磁性粒子粉末の粒子形状が針状の場合、軸比は3以上、好ましくは5以上であり、ビヒクル中における分散性を考慮すれば、その上限値は15であり、好ましくは10である。

【0062】磁性粒子粉末の粒子形状が板状の場合、板状比（平均板面径と平均厚みの比）（以下、「板状比」という。）は2以上、好ましくは3以上であり、ビヒクル中における分散性を考慮すれば、その上限値は50であり、好ましくは45である。

【0063】磁性粒子粉末の磁気特性は、保磁力値が39.8~318.3kA/m（500~4000Oe）、好ましくは43.8~318.3kA/m（550~4000Oe）であって、飽和磁化値が50~170Am<sup>2</sup>/kg（50~170emu/g）、好ましくは60~170Am<sup>2</sup>/kg（60~170emu/g）である。

【0064】高密度記録化等を考慮して、磁性粒子粉末として鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末又は針状鉄合金磁性粒子粉末を用いた場合の磁気特性は、保磁力値が63.7~278.5kA/m（800~3500Oe）、好ましくは71.6~278.5kA/m（900~3500Oe）、飽和磁化値が90~170Am<sup>2</sup>/kg（90~170emu/g）、好ましくは100~170Am<sup>2</sup>/kg（100~170emu/g）である。

【0065】結合剤樹脂としては、前記非磁性下地層を形成するために用いた結合剤樹脂を使用することができる。

【0066】非磁性下地層上に設けられた磁気記録層の塗膜厚さは、0.01~5 $\mu$ mの範囲である。0.01 $\mu$ m未満の場合には、均一な塗布が困難であり、塗りむら等の現象が出やすくなるため好ましくない。5 $\mu$ mを

超える場合には、反磁界の影響のため、所望の電磁変換特性が得られにくくなる。好ましくは0.05~1 $\mu$ mの範囲である。

【0067】磁性粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対して磁性粒子粉末が200~2000重量部、好ましくは300~1500重量部である。

【0068】磁気記録層中には、通常用いられている潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を添加してもよい。

【0069】本発明に係る磁気記録媒体は、磁性粒子粉末として前記磁性粒子粉末を用い、非磁性下地層用非磁性粉末として表面被覆物によって被覆されていない本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末を用いた場合には、保磁力値が39.8~318.3kA/m（500~4000Oe）、好ましくは43.8~318.3kA/m（550~4000Oe）、角形比（残留磁束密度Br/飽和磁束密度Bm）が0.85~0.95、好ましくは0.86~0.95、塗膜の光沢度が170~300%、好ましくは175~300%、塗膜表面粗度Raが8.5nm以下、好ましくは2.0~8.0nm、ヤング率（相対値）が128~160、好ましくは130~160である。また、後述する評価法による非磁性下地層と磁気記録層とからなる塗膜の収縮率は7.5~19%、好ましくは8.0~18%、より好ましくは8.5~17%である。

【0070】本発明に係る磁気記録媒体は、磁性粒子粉末として前記磁性粒子粉末を用い、非磁性下地層用非磁性粉末として表面被覆物によって被覆されている本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末を用いた場合には、保磁力値が39.8~318.3kA/m（500~4000Oe）、好ましくは39.8~318.3kA/m（550~4000Oe）、角形比（残留磁束密度Br/飽和磁束密度Bm）が0.85~0.95、好ましくは0.86~0.95、塗膜の光沢度が175~300%、好ましくは180~300%、塗膜表面粗度Raが8.0nm以下、好ましくは2.0~7.5nm、ヤング率（相対値）が130~160、好ましくは132~160である。また、後述する評価法による非磁性下地層と磁気記録層とからなる塗膜の収縮率は8.0~19%、好ましくは8.5~18%、より好ましくは9.0~17%である。

【0071】高密度記録等を考慮して、磁性粒子粉末として鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末又は針状鉄合金磁性粒子粉末を用い、非磁性下地層用非磁性粉末として表面被覆物によって被覆されていない本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末を用いた場合には、保磁力値が63.7~278.5kA/m（800~3500Oe）、好ましくは71.6~278.5kA/m（900~3500Oe）、角形比（残留磁束密度Br/飽和磁束密度Bm）が0.87~0.95、好ましく

は0.88~0.95、塗膜の光沢度が200~300%、好ましくは205~300%、塗膜表面粗度Raが7.5nm以下、好ましくは2.0~7.5nm、ヤング率(相対値)が128~160、好ましくは130~160である。また、後述する評価法による非磁性下地層と磁気記録層とからなる塗膜の収縮率は7.5~19%、好ましくは8.0~18%、より好ましくは8.5~17%である。

【0072】磁性粒子粉末として鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末又は針状鉄合金磁性粒子粉末を用い、非磁性下地層用非磁性粉末として表面被覆物によって被覆されている本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末を用いた場合には、保磁力値が63.7~278.5kA/m(800~3500Oe)、好ましくは71.6~278.5kA/m(900~3500Oe)、角形比(残留磁束密度Br/飽和磁束密度Bm)が0.87~0.95、好ましくは0.88~0.95、塗膜の光沢度が205~300%、好ましくは210~300%、塗膜表面粗度Raが7.0nm以下、好ましくは2.0~6.5nm、ヤング率(相対値)が130~160、好ましくは132~160である。また、後述する評価法による非磁性下地層と磁気記録層とからなる塗膜の収縮率は8.0~19%、好ましくは8.5~18%、より好ましくは9.0~17%である。

【0073】また、非磁性下地層用非磁性粉末として粒子内部にアルミニウムを含有させた針状ヘマタイト粒子からなる本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末を用いた場合には、磁気記録媒体の耐久性が向上し、耐久性のうち走行耐久性は20分以上、好ましくは22分以上であり、すり傷特性はA又はB、好ましくはAである。

【0074】殊に、磁性粒子粉末として鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末又は針状鉄合金磁性粒子粉末を用い、非磁性下地層用非磁性粉末として高純度化した本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末を用いた場合には、塗膜の保磁力値の変化率(%)で示す腐蝕性が10.0%以下、好ましくは9.5%以下、飽和磁化値の変化率(%)で示す腐蝕性が10.0%以下、好ましくは9.5%以下である。

【0075】次に、本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末の製造法について述べる。

【0076】本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末は、針状ゲータイト粒子を摩砕処理した後、200~540℃の温度範囲で加熱脱水処理して得ることができる。

【0077】本発明における針状ゲータイト粒子粉末は、例えば、第一鉄塩と水酸化アルカリ水溶液を用いて反応して得られる水酸化鉄を含む懸濁液に空気等の酸素含有ガスを通気して得ることができる。

【0078】針状ゲータイト粒子粉末としては、平均長

軸径が0.005~0.35μm、平均短軸径が0.0005~0.12μm、軸比が3~30、BET比表面積値が35~250m<sup>2</sup>/gであることが好ましい。

【0079】尚、必要により、針状ゲータイト粒子粉末の粒子表面にP、Si、B、Zr、Sb等の焼結防止剤を被覆処理してもよい。

【0080】針状ゲータイト粒子の摩砕処理は、前記ゲータイト粒子の生成反応で得られるゲータイト粒子を含有する懸濁液を濾別、水洗した湿ケーキを再度水に分散させたゲータイト粒子を含有する懸濁液、又は前記ゲータイト粒子の生成反応で得られるゲータイト粒子を含有する懸濁液を濾別、水洗、乾燥してゲータイト粒子粉末として取り出した後、再度水に分散させたゲータイト粒子を含有する水懸濁液を用いてもよい。好ましくはゲータイト粒子の湿ケーキを再度水に分散させたゲータイト粒子を含有する懸濁液を用いることが好ましい。

【0081】針状ゲータイト粒子の摩砕処理は、針状ゲータイト粒子を含むスラリーの濃度を30~500g/l、好ましくは40~250g/l、より好ましくは50~200g/lに調製した後、スラリーに回転数1000~9000rpm、好ましくは1200~5000rpmのせん断力をかけて摩砕することによって行う。この工程によって針状ゲータイト粒子を長軸方向に方向性をもって配列させておく。

【0082】針状ゲータイト粒子を含むスラリーを摩砕するための機器としては、スラリーにせん断力を加えることのできる装置が好ましく、例えば、摩砕微粒化機、超微粒磨砕機といった湿式摩砕機等を用いることができる。

【0083】上記湿式摩砕機としては、具体的に、スーパーマスコロイダー、セレンディビター(増幸産業株式会社製)及びT. K. マイコローダーM型(特殊機化工業株式会社)等がある。

【0084】次いで、摩砕処理後の針状ゲータイト粒子粉末を200~540℃、好ましくは250~500℃、より好ましくは280~450℃の温度範囲で加熱処理して針状ヘマタイト粒子の集合体とする。加熱温度が200℃未満の場合には脱水反応に長時間を要するため好ましくない。540℃を超える場合には脱水反応が急激に生起し、粒子の形状が崩れやすくなったり、粒子相互間の焼結を引き起こすことになり好ましくない。また、熱処理時間は30分~3時間が好ましい。

【0085】高純度化されたヘマタイト粉末は、摩砕処理後、加熱処理したヘマタイト粉末をアルカリ水溶液中で加熱処理し、濾別、水洗することによる得ることができる。

【0086】アルカリ水溶液のpH値は13.0以上が好ましい。加熱処理の温度は80℃以上が好ましく、より好ましくは90℃以上である。

【0087】本発明における表面被覆物により被覆され

たヘマタイト粉末は、摩砕処理後、加熱処理して得られたヘマタイト粉末を分散して得られる水懸濁液に、アルミニウム化合物、ケイ素化合物又は当該両化合物を添加して混合攪拌することにより、又は、必要により、混合攪拌後にpH値を調整することにより、前記ヘマタイト粉末の粒子表面を、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物から選ばれる一種又は二種以上の化合物で被覆し、次いで、濾別、水洗、乾燥、粉碎する。必要により、更に、脱気・圧密処理等を施してもよい。

【0088】アルミニウム化合物としては、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等のアルミニウム塩や、アルミン酸ナトリウム等のアルミン酸アルカリ塩等が使用できる。ケイ素化合物としては、3号水ガラス、オルトケイ酸ナトリウム、メタケイ酸ナトリウム等が使用できる。

【0089】次に、本発明に係る磁気記録媒体の製造法について述べる。

【0090】本発明に係る磁気記録媒体は、常法により、非磁性支持体上にヘマタイト粉末、結合剤樹脂及び溶剤を含む非磁性塗料を塗布、乾燥して非磁性下地層を形成し、該非磁性下地層上に磁性粒子粉末、結合剤樹脂及び溶剤を含む磁性塗料を塗布して塗膜を形成した後、磁場配向し、次いで、カレンダー処理をした後、硬化させることにより得ることができる。

【0091】前記非磁性下地層及び前記磁気記録層の形成に用いる溶剤としては、磁気記録媒体に汎用されているメチルエチルケトン、トルエン、シクロヘキサノン、メチルイソブチルケトン、テトラヒドロフラン及びその混合物等を使用することができる。

【0092】溶剤の使用量は、ヘマタイト粉末又は磁性粒子粉末100重量部に対してその総量で50～1000重量部である。50重量部未満では塗料とした場合に粘度が高くなりすぎ塗布が困難となる。1000重量部を超える場合には、塗膜を形成する際の溶剤の揮発量が多くなりすぎ工業的に不利となる。

【0093】

【発明の実施の形態】本発明の代表的な実施の形態は、次の通りである。

【0094】針状ヘマタイト粒子、針状ゲータイト粒子及び磁性粒子の平均長軸径、平均短軸径又は平均板面径、平均厚みは、電子顕微鏡写真(30,000倍)を縦方向及び横方向にそれぞれ4倍に拡大した写真に示される粒子約350個について長軸径、短軸径をそれぞれ測定し、その平均値で示した。また、上記電子顕微鏡写真から、同様に、ヘマタイト粉末の平均長さ及び平均幅を測定するとともに、針状ヘマタイト粒子の複数個が、長軸方向に方向性を持って配列していることを観測した。

【0095】軸比は、前記平均長軸径と前記平均短軸径

との比で、板状比は、平均板面径と平均厚みとの比で示した。

【0096】比表面積値はBET法により測定した値で示した。

【0097】ヘマタイト粉末のシクロヘキサノンの吸液量は、試料1.0gを共栓付き丸底フラスコに入れ、ビューレットよりシクロヘキサノンを少量ずつ滴下し、丸底フラスコを振ってシクロヘキサノンを試料に吸液させる。試料が塊状となり吸液しなくなった時点の滴下シクロヘキサノン量を吸液量とする。

【0098】ヘマタイト粉末及び磁性粒子粉末の粒子内部や粒子表面に存在するAl量、Si量及び焼結防止剤のSi量及びP量のそれぞれは「蛍光X線分析装置3063M型」(理学電機工業株式会社製)を使用し、JIS K0119の「けい光X線分析通則」に従って測定した。

【0099】粉体pH値は、試料5gを300mlの三角フラスコに秤り取り、煮沸した純水100mlを加え、加熱して煮沸状態を約5分間保持した後、栓をして常温まで放冷し、減量に相当する水を加えて再び栓をして1分間振り混ぜ、5分間静置した後、得られた上澄み液のpHをJIS Z 8802-7に従って測定し、得られた値を粉体pH値とした。

【0100】可溶性ナトリウム塩の含有量及び可溶性硫酸塩の含有量は、上記粉体pH値の測定用に作製した上澄み液をNo.5Cの濾紙を用いて濾過し、濾液中の $\text{Na}^+$ 及び $\text{SO}_4^{2-}$ を誘導結合プラズマ発光分光分析装置(セイコー電子工業株式会社製)を用いて測定した。

【0101】塗料粘度は、得られた塗料の25℃における塗料粘度を、E型粘度計EMD-R(株式会社東京計器製)を用いて測定し、ずり速度 $D=1.92\text{sec}^{-1}$ における値で示した。

【0102】非磁性下地層及び磁気記録層の塗膜表面の光沢度は、「グロスメーターUGV-5D」(スガ試験機株式会社製)を用いて塗膜の45°光沢度を測定して求めた。

【0103】非磁性下地層及び磁気記録層の塗膜の表面粗度Raは、「Surfcom-575A」(東京精密株式会社製)を用いて塗布膜の中心線平均粗さを測定した。

【0104】非磁性下地層及び磁気記録層の塗膜の強度は、「オートグラフ」(株式会社島津製作所製)を用いて塗膜のヤング率を測定し、市販ビデオテープ「AVT-120」(日本ビクター株式会社製)のヤング率との相対値で表した。相対値が高いほど塗膜の強度が良好であることを示す。

【0105】磁気記録媒体を構成する非磁性支持体、非磁性下地層及び磁気記録層の各層の厚みは、次の通りの測定手法によって測定した。

【0106】デジタル電子マイクロメーターK351C

(安立電気株式会社製)を用いて、まず、非磁性支持体の膜厚(A)を測定する。次に、非磁性支持体と該非磁性支持体上に形成された非磁性下地層との厚み(B)

(非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みとの総和)を同様にして測定する。更に、非磁性下地層上に磁気記録層を形成することにより得られた磁気記録媒体の厚み(C)(非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みと磁気記録層の厚みとの総和)を同様にして測定する。そして、非磁性下地層の厚みは(B)-(A)で示し、磁気記録層の厚みは(C)-(B)で示した。

【0107】非磁性下地層の塗膜の収縮率は、下記測定方法によって測定した。

【0108】①ヘマタイト粉末12gと結合剤樹脂溶液\*

ヘマタイト粉末	100.0重量部
スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂	10.0重量部
スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂	10.0重量部
シクロヘキサノン	44.6重量部
メチルエチルケトン	111.4重量部
トルエン	66.9重量部

③次に、得られた非磁性塗料を非磁性支持体上にアプリケーションを用いて55μmの厚さに塗布し、乾燥させて非磁性下地層を形成した。

④塗布後の乾燥させた塗膜を85℃、200kg/cmで4回カレンダー処理を行い、該塗膜のカレンダー処理前の膜厚 $t_0$ (μm)とカレンダー処理後の膜厚 $t_1$ (μm)とから下記式に従って非磁性下地層の塗膜の収縮率(%)を求めた。

$$\text{塗膜の収縮率}(\%) = \{(t_0 - t_1) / t_0\} \times 100$$

$t_0$ : カレンダー前の非磁性下地層の厚み(μm)

$t_1$ : カレンダー後の非磁性下地層の厚み(μm)

【0109】非磁性下地層と磁気記録層からなる塗膜の収縮率は、下記測定方法によって測定した。 ※

ヘマタイト粉末	100.0重量部
スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂	10.0重量部
スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂	10.0重量部
シクロヘキサノン	44.6重量部
メチルエチルケトン	111.4重量部
トルエン	66.9重量部

③次に、得られた非磁性塗料を非磁性支持体上にアプリケーションを用いて55μmの厚さに塗布し、乾燥させて非磁性下地層を形成した。

④磁性粒子粉末12g、研磨剤(アルミナ)1.2g、カーボンブラック微粒子粉末0.12g、結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量%とシクロヘキサノン70重量%)及びシクロヘキサノンとを混合して混合物(固形分率78%)を得、この混合物を更にブラストミルで3

\* (スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量%とシクロヘキサノン70重量%)及びシクロヘキサノンとを混合して混合物(固形分率72%)を得、この混合物を更にブラストミルで30分間混練して混練物を得た。

②前記混練物を1.5mmφガラスビーズ95g、追加の結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量%、溶剤(メチルエチルケトン:トルエン=1:1)70重量%)、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンとともに140mlガラス瓶に添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って非磁性塗料を得た。

10

※【0110】①ヘマタイト粉末12gと結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量%とシクロヘキサノン70重量%)及びシクロヘキサノンとを混合して混合物(固形分率72%)を得、この混合物を更にブラストミルで30分間混練して混練物を得た。

30

②前記混練物を1.5mmφガラスビーズ95g、追加の結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量%、溶剤(メチルエチルケトン:トルエン=1:1)70重量%)、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンとともに140mlガラス瓶に添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って非磁性塗料を得た。

0分間混練して混練物を得た。

⑤この混練物を1.5mmφガラスビーズ95g、追加結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量%、溶剤(メチルエチルケトン:トルエン=1:1)70重量%)、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンとともに140mlガラス瓶に添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って磁性塗料を得た。その後、潤滑剤及び硬化剤を加え、更に、ペイントシェーカーで15分間混合・分

50

散した。

磁性粒子粉末	100.0重量部
スルホン酸ナトリウム基を有する	
塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂	10.0重量部
スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂	10.0重量部
研磨剤(アルミナ)	10.0重量部
カーボンブラック微粒子粉末	1.0重量部
潤滑剤(ミリスチン酸:ステアリン酸ブチル=1:2)	3.0重量部
硬化剤(ポリイソシアネート)	5.0重量部
シクロヘキサノン	65.8重量部
メチルエチルケトン	164.5重量部
トルエン	98.7重量部

⑥得られた磁性塗料を、上述の非磁性下地層を有する基体の上にアブリケーターを用いて15 $\mu$ mの厚さに塗布した後、磁場中において配向・乾燥した。

⑦塗布後の乾燥させた塗膜を85℃、200kg/cmで4回カレンダー処理を行い、該塗膜のカレンダー処理前の膜厚 $t_2$ ( $\mu$ m)とカレンダー処理後の膜厚 $t_3$ ( $\mu$ m)とから下記式に従って塗膜の収縮率(%)を求める。

$$\text{塗膜の収縮率}(\%) = \{(t_2 - t_3) / t_2\} \times 100$$

$t_2$ : カレンダー前の非磁性下地層の厚みと磁気記録層の厚みとの合計( $\mu$ m)

$t_3$ : カレンダー後の非磁性下地層の厚みと磁気記録層の厚みとの合計( $\mu$ m)

【0111】磁性粒子粉末及び磁気記録媒体の磁気特性は、「振動試料型磁力計VSM-3S-15」(東英工業株式会社製)を使用し、外部磁場795.8kA/m(10kOe)までかけて測定した。

【0112】磁気記録媒体の走行耐久性は、「Media Durability Tester MDT-3000」(Steinberg Associates社製)を用いて、負荷1.96N(200gw)、ヘッドとテープとの相対速度16m/sにおける実可動時間で評価した。実可動時間が長いほど走行耐久性が良いことを示す。

【0113】すり傷特性は、走行後のテープの表面を顕微鏡で観察し、すり傷の有無を目視で評価し、下記の4段階の評価を行った。

【0114】A: すり傷なし

B: すり傷若干有り

C: すり傷有り

D: ひどいすり傷有り

【0115】磁気記録層中の鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気記録媒体の磁気特性の経時変化は、磁気記録媒体を温度60℃、相対湿度90%の環境下に14日間放置し、放置前後の保磁力値及び飽和磁束密度値を測定し、その変化量を放置前の値で除した値を変化率として百分率で示した。

20

【0116】<ヘマタイト粉末の製造>針状ゲータイト粒子の湿ケーキを水中に分散させることによって得られる針状ゲータイト粒子粉末(平均長軸径0.170 $\mu$ m、平均短軸径0.0090 $\mu$ m、軸比18.9、BET比表面積値110.3m<sup>2</sup>/g、内部含有Al量1.80重量%)20kgを含む水懸濁液中に3号水ガラス692g(針状ゲータイト粒子粉末に対してSiO<sub>2</sub>換算で1重量%に相当する)を添加し、混合攪拌した後、濾別、水洗、乾燥して焼結防止処理を行った。

【0117】次いで、この焼結防止処理を施した針状ゲータイト粒子粉末を含むスラリーの濃度を100g/lに調製し、超微粒摩砕機「スーパーマスコロイダー」

(製品名、増幸産業株式会社製)を用いて、軸回転数2000rpmにおいて5回パスさせて摩砕処理を行った後、濾別、水洗、乾燥して、長軸方向に方向性をもって配列した針状ゲータイト粒子粉末を得た。

30

【0118】得られた針状ゲータイト粒子粉末を350℃で60分間加熱処理することにより、長軸方向に方向性をもって配列した針状ヘマタイト粒子の集合体からなるヘマタイト粉末を得た。

【0119】得られたヘマタイト粉末を構成する針状ヘマタイト粒子の平均長軸径は0.159 $\mu$ m、平均短軸径は0.0088 $\mu$ m、軸比は18.1であった。ヘマタイト粉末の平均長さは0.167 $\mu$ m、平均幅は0.020 $\mu$ m、平均長さ平均幅との比は8.3、BET比表面積値は117.4m<sup>2</sup>/g、シクロヘキサノンの吸液量は1.02ml/g、Al含有量は1.98重量%、焼結防止剤はSiO<sub>2</sub>換算で0.96重量%であった。

40

【0120】透過型電子顕微鏡(TEM)写真(×30,000)観察の結果、得られたヘマタイト粉末は、複数の針状ヘマタイト粒子が長軸方向に配列しており、幅方向に4~8個、厚み方向に複数個配列していることが認められた。

【0121】<非磁性下地層の製造>上記で得られたヘマタイト粉末12gと結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量%とシクロヘキサノン70重量%)及びシクロヘ

50

21

キサノンとを混合して混合物（固形分率72％）を得、この混合物を更にブラストミルで30分間混練して混練物を得た。

【0122】この混練物を1.5mmφガラスビーズ95g、追加の結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量％、溶剤（メチルエチルケトン：トルエン＝1：1）70重量％）、シクロ\*

ヘマタイト粉末

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂

シクロヘキサノン

メチルエチルケトン

トルエン

【0125】得られた非磁性塗料の塗料粘度は2,918cPであった。

【0126】次に、得られた非磁性塗料を、厚さ12μmのポリエチレンテレフタレートフィルム上に、アプリケーションを用いて55μmの厚さに塗布し、乾燥させることにより非磁性下地層を形成した。

【0127】得られた非磁性下地層の塗布厚みは3.50μm、光沢は210％、表面粗度Raは6.2nm、ヤング率（相対値）は134であった。カレンダー処理後の非磁性下地層の膜厚は3.03μmであり、非磁性下地層の塗膜の圧縮率は13.4％であった。

【0128】＜磁気記録媒体の製造＞鉄を主成分とする針状金属磁性粉末（平均長軸径0.115μm、平均短軸径0.0158μm、軸比7.3、保磁力値139.3kA/m（1,750Oe）、飽和磁化値133Am<sup>2</sup>/kg（133emu/g））12g、カーボンブラ

ック微粒子粉末0.36g及び研磨材としてアルミナ粒\*

鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末

研磨剤（アルミナ粒子粉末）

カーボンブラック微粒子粉末

スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

10.0重量部、

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂

10.0重量部、

潤滑剤（ミリスチン酸：ステアリン酸ブチル＝1：2）

3.0重量部、

硬化剤（ポリイソシアネート）

5.0重量部、

シクロヘキサノン

65.8重量部、

メチルエチルケトン

164.5重量部、

トルエン

98.7重量部。

【0131】得られた磁性塗料の塗料粘度は7,680cPであった。

【0132】得られた磁性塗料を、前記非磁性下地層を有する基体の上にアプリケーションを用いて15μmの厚さに塗布した後、磁場中において配向、乾燥した。このときの磁性層の厚みは1.08μm、塗布層の全厚は4.93μmであった。

22

\*ヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンとともに140mlガラス瓶に添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って塗料組成物を得た。

【0123】得られた非磁性塗料の組成は、下記の通りであった。

【0124】

100重量部、

10重量部、

10重量部、

44.6重量部、

111.4重量部、

66.9重量部。

※子粉末1.2g、結合剤樹脂溶液（スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量％とシクロヘキサノン70重量％からなる）及びシクロヘキサノンとを混合し、固形分率78％において、ブラストミルを用いて30分間混練して混練物を得た。

20 【0129】この混練物を140mlガラス瓶に1.5mmφガラスビーズ95gと追加樹脂結合剤溶液（スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量％、トルエン35重量％、メチルエチルケトン35重量％からなる）及びシクロヘキサノン、トルエン、メチルエチルケトンを添加し、ペイントシェーカーで6時間、混合・分散を行った。その後、得られた塗料組成物に潤滑剤及び硬化剤を加え、更にペイントシェーカーで15分間混合・分散を行った。

【0130】得られた磁性塗料の組成は以下の通りであ

100.0重量部、

10.0重量部、

3.0重量部、

10.0重量部、

10.0重量部、

3.0重量部、

5.0重量部、

65.8重量部、

164.5重量部、

98.7重量部。

【0133】次いで、85℃、200kg/cmで4回カレンダー処理を行った後、60℃で2.4時間硬化反応を行い、1.27cm（0.5インチ）幅にスリットして磁気テープを得た。なお、カレンダー処理前後の塗膜の圧縮率は11.6％であった。得られた磁気テープの塗布層の全厚は4.36μm、保磁力値は146.5kA/m（1,841Oe）、角型比は0.89、光沢は

234%、表面粗度Raは5.6nm、ヤング率(相対値)は135であり、耐久性のうち走行耐久性は26.8分、すり傷特性はAであった。

【0134】

【作用】本発明において最も重要な点は、本発明に係るヘマタイト粉末を用いた非磁性下地層を有する磁気記録媒体は表面平滑性に優れるという点である。

【0135】本発明に係るヘマタイト粉末を用いた非磁性下地層を有する磁気記録媒体が表面平滑性に優れる理由は未だ明らかではないが、本発明者は以下のように推定している。

【0136】本発明における針状ヘマタイト粒子は微粒子であり、通常、微粒子であれば、粒子の微細化による分子間力の増大により凝集を起こしやすいため、ビヒクル中での分散が困難となる。一方、本発明に係るヘマタイト粉末は、あらかじめ針状ゲータイト粒子を長軸方向に方向性をもって配列させるとともに、粒子間で焼結が起こらず、且つ、配列状態を崩さない温度範囲で加熱処理してヘマタイト粉末にしたことにより針状ヘマタイト粒子が長軸方向に配列した集合体となり、カレンダー処理を行うまでは配列状態を維持している。そのため、ビヒクル中での挙動粒子サイズが大きくビヒクル中での分散が容易であること及びカレンダー処理を行うことで、初めて、配列しているヘマタイト粉末が塗膜の厚さ方向に圧縮され容易に同一方向に配列することにより表面平滑性に優れた磁気記録媒体が得られるものと推定している。

【0137】

【実施例】次に、実施例並びに比較例を挙げる。

【0138】針状ゲータイト粒子A及びB：針状ゲータイト粒子粉末として、表1に示す特性を有する針状ゲータイト粒子粉末を用意した。

【0139】

【表1】

\*

実施例 及び 比較例	針状ゲータイト粒子の種類	焼結防止処理			摩砕処理		加熱処理	
		種類	換算	添加量 (重量%)	スラリー 濃度 (g/l)	回転数 (rpm)	温度 (℃)	時間 (分)
実施例1	ゲータイトA	3号水ガラス	SiO <sub>2</sub>	0.75	85	1200	340	60
＃2	ゲータイトB	リン酸	P	0.75	91	2400	320	90
比較例1	ゲータイトA	3号水ガラス	SiO <sub>2</sub>	0.75	---	---	340	60
＃2	ゲータイトA	3号水ガラス	SiO <sub>2</sub>	0.75	750	1200	340	60
＃3	ゲータイトA	3号水ガラス	SiO <sub>2</sub>	0.75	10	1200	340	60
＃4	ゲータイトA	3号水ガラス	SiO <sub>2</sub>	0.75	100	1200	650	60
＃5	ゲータイトA	3号水ガラス	SiO <sub>2</sub>	0.75	---	---	340 ↓ 650	60 ↓ 60
＃6	ゲータイトA	3号水ガラス	SiO <sub>2</sub>	0.75	85	1200	---	---

出発原料 の種類	針状ゲータイト粒子粉末の特性			
	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	軸比 (-)	含有 Al量 (重量%)
ゲータイトA	0.193	0.0095	20.3	0.001
ゲータイトB	0.153	0.0084	18.2	4.51

【0140】＜摩砕処理＞

実施例1及び2、比較例1～6：針状ゲータイト粒子の種類、焼結防止処理における焼結防止剤の種類及び添加量、摩砕処理の有無、摩砕処理におけるスラリー濃度及び回転数、加熱処理における加熱温度及び時間を種々変化した以外は前記発明の実施の形態と同様にして非磁性粒子粉末を得た。

【0141】このときの製造条件を表2に、得られた非磁性粒子粉末の諸特性を表3に示す。

【0142】なお、比較例5はゲータイト粒子Aを摩砕処理することなく、340℃で加熱脱水処理した後、650℃で加熱処理したヘマタイト粒子粉末である。比較例6はゲータイト粒子Aを摩砕処理しただけのゲータイト粒子粉末である。

【0143】実施例1及び2で得られたヘマタイト粉末は、透過型電子顕微鏡(TEM)写真(×30,000)観察の結果、複数の針状ヘマタイト粒子が長軸方向に配列しており、幅方向に4～8個、厚み方向に複数個配列していることが認められた。

【0144】また、比較例1で得られたヘマタイト粒子粉末は、摩砕処理を行っていないため、針状ヘマタイト粒子が方向性を持たず、バラバラに存在していることが認められた。

【0145】

【表2】



【0146】

\* \* 【表3】

実施例 及び 比較例	ヘマタイト粉末の特性										
	針状ヘマタイト粒子			ヘマタイト粉末							
	平均 長軸径	平均 短軸径	軸比	平均 長さ	平均幅	平均長さ と平均幅 の比	BET比表 面積値	シクロヘ キサノン 吸液量	Al 含有量	焼結防止剤の量	
	( $\mu\text{m}$ )	( $\mu\text{m}$ )	(-)	( $\mu\text{m}$ )	( $\mu\text{m}$ )	(-)	( $\text{m}^2/\text{g}$ )	( $\text{ml}/\text{g}$ )	(重量%)	換算	含有量 (重量%)
実施例1	0.178	0.0093	19.1	0.186	0.0224	8.3	112.6	0.98	0.003	SiO <sub>2</sub>	0.70
# 2	0.146	0.0082	17.8	0.161	0.0204	7.9	160.4	1.16	4.98	P	0.63
比較例1	0.179	0.0234	7.6	---	---	---	128.5	0.56	0.003	SiO <sub>2</sub>	0.70
# 2	0.177	0.0204	8.7	---	---	---	124.6	0.52	0.003	SiO <sub>2</sub>	0.70
# 3	0.179	0.0193	9.3	---	---	---	120.9	0.54	0.003	SiO <sub>2</sub>	0.70
# 4	0.154	0.0229	6.7	---	---	---	51.6	0.53	0.003	SiO <sub>2</sub>	0.70
# 5	0.150	0.0231	6.5	---	---	---	50.6	0.51	0.003	SiO <sub>2</sub>	0.70
# 6	0.193	0.0095	20.3	0.202	0.0219	9.2	113.1	1.26	0.002	SiO <sub>2</sub>	0.75

【0147】＜アルカリ水溶液中の加熱処理＞

実施例3

実施例1で得られたヘマタイト粉末600gを純水3.5lに投入し、ホモミキサー（特殊機化工業株式会社製）を用いて60分間解膠した。

【0148】次に、得られたヘマタイト粉末のスラリーを横型SGM（ディスバマットSL：エスシー・アディケム株式会社製）で循環しながら、軸回転数2000rpmのもとで3時間混合・分散した。得られたスラリー中のヘマタイト粉末の325mesh（目開き44 $\mu\text{m}$ ）における篩残分は0%であった。

【0149】得られたヘマタイト粉末のスラリーの濃度を100g/lに調製した後、スラリーを5l分取した。このスラリーを攪拌しながら、6NのNaOH水溶液を加えてスラリーのpH値を13.5に調整した。次に、このスラリーを攪拌しながら加熱して95℃まで昇温し、その温度で180分保持した。

【0150】次に、このスラリーをデカンテーション法により水洗し、pH値が10.5のスラリーとした。正確を期するため、この時点でのスラリー濃度を確認したところ96g/lであった。

※

※【0151】次に、ブフナーロートを用いて濾別し、純水を通水して濾液の電導度が30 $\mu\text{S}$ 以下になるまで水洗し、その後、常法によって乾燥させた後、粉碎して、高純度化ヘマタイト粉末を得た。

【0152】このときの製造条件を表4に、得られたヘマタイト粉末の諸特性を表5に示す。

【0153】実施例4：ヘマタイト粉末の種類、アルカリ水溶液のpH値、加熱温度及び加熱時間を種々変化させた以外は、前記実施例3と同様にして高純度化ヘマタイト粉末を得た。

【0154】このときの製造条件を表4に、得られたヘマタイト粉末の諸特性を表5に示す。

【0155】得られたヘマタイト粉末の透過型電子顕微鏡（TEM）写真（ $\times 30,000$ ）観察の結果、実施例3及び4で得られたヘマタイト粉末は、アルカリ水溶液中の加熱処理後も、針状ヘマタイト粒子がバラバラになることなく、複数個の針状ヘマタイト粒子が長軸方向に配向性を持って配列していることが認められた。

【0156】

【表4】

実施例	ヘマタイト 粉末の種 類	湿式粉碎	アルカリ水溶液中加熱処理		
		篩残量 (重量%)	pH値 (-)	温度 (℃)	時間 (分)
実施例3	実施例1	0	13.5	95	180
# 4	# 2	0	13.7	90	180

【0157】

【表5】



実施例	高純度化ヘマタイト粉体の特性											
	針状ヘマタイト粒子			ヘマタイト粉体								
	平均 長軸径 ( $\mu\text{m}$ )	平均 短軸径 ( $\mu\text{m}$ )	軸比 (-)	平均 長さ ( $\mu\text{m}$ )	平均幅 ( $\mu\text{m}$ )	平均長さ と平均幅 の比 (-)	BET比表 面積値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	シクロヘ キサノン 吸液量 ( $\text{ml}/\text{g}$ )	Al 含有量 (重量%)	可溶性 Na塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	粉体 pH値 (-)
実施例3	0.178	0.0093	19.1	0.186	0.0224	8.3	110.9	1.02	0.002	112	12	9.1
＃4	0.146	0.0082	17.8	0.161	0.0204	7.9	169.7	1.24	4.96	83	6	9.3

## 【0158】＜表面被覆処理＞

実施例5：実施例1のヘマタイト粉末10kgと水75lとを用いて、ヘマタイト粉末を含むスラリーを得た。得られたヘマタイト粉末を含む再分散スラリーのpH値を、水酸化ナトリウム水溶液を用いて10.5に調整した後、該スラリーに水を加えスラリー濃度を98g/lに調整した。このスラリー75lを加熱して60℃とし、このスラリー中に1.0mol/lのアルミン酸ナトリウム溶液4083ml（ヘマタイト粉末に対してAl換算で1.5重量%に相当する）を加え、30分間保持した後、酢酸を用いてpH値を7.5に調整した。この状態で30分間保持した後、濾過、水洗、乾燥、粉碎して粒子表面がアルミニウムの水酸化物により被覆されているヘマタイト粉末を得た。

【0159】このときの製造条件を表6に、得られた表面処理済みヘマタイト粉末の諸特性を表7に示す。

【0160】実施例6～8：実施例2～4の各非磁性粒\*

\*子粉末を用い、表面被覆物の種類及び量を種々変化させた以外は、前記実施例5と同様にして粒子表面が被覆物で被覆されている非磁性粒子粉末を得た。

【0161】このときの製造条件を表6に、得られた表面処理済みヘマタイト粉末の諸特性を表7に示す。

【0162】尚、表6の被覆物の種類は、Aがアルミニウムの水酸化物、Sがケイ素の酸化物であることを示す。

【0163】得られたヘマタイト粉末の透過型電子顕微鏡（TEM）写真（ $\times 30,000$ ）観察の結果、実施例5～8で得られたヘマタイト粉末は、表面被覆処理後も、針状ヘマタイト粒子がバラバラになることなく、複数個の針状ヘマタイト粒子が長軸方向に配向性を持って配列していることが認められた。

【0164】

【表6】

実施例	ヘマタイト 粒子集合 体の種類	表面処理		被覆物		
		種類	添加量 (重量%)	種類	換算	被覆量 (重量%)
実施例5	実施例1	アルミン酸ナトリウム	1.5	A	Al	1.48
＃6	＃2	3号水ガラス	0.5	S	SiO <sub>2</sub>	0.50
＃7	＃3	アルミン酸ナトリウム	3.0	A	Al	2.92
＃8	＃4	酢酸アルミニウム	1.5	A	Al	1.48
		3号水ガラス	1.0	S	SiO <sub>2</sub>	0.96

【0165】

※ ※【表7】

実施例	表面処理済みヘマタイト粉体の特性											
	針状ヘマタイト粒子			ヘマタイト粉体								
	平均 長軸径 ( $\mu\text{m}$ )	平均 短軸径 ( $\mu\text{m}$ )	軸比 (-)	平均 長さ ( $\mu\text{m}$ )	平均幅 ( $\mu\text{m}$ )	平均長さ と平均幅 の比 (-)	BET比表 面積値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	シクロヘ キサノン 吸液量 ( $\text{ml}/\text{g}$ )	Al 含有量 (重量%)	可溶性 Na塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	粉体 pH値 (-)
実施例5	0.178	0.0093	19.1	0.186	0.0224	8.3	113.3	1.21	0.002	---	---	---
＃6	0.146	0.0082	17.8	0.161	0.0204	7.9	174.6	1.14	4.95	---	---	---
＃7	0.178	0.0093	19.1	0.186	0.0224	8.3	112.6	1.03	0.003	86	16	9.0
＃8	0.146	0.0082	17.8	0.161	0.0204	7.9	171.8	1.08	4.90	72	8	9.3

## 【0166】＜非磁性下地層の製造＞

実施例9～16、比較例7～13：非磁性粒子粉末の種類を種々変化させた以外は、前記発明の実施の形態と同様にして非磁性下地層を得た。

＊【0167】このときの製造条件及び得られた非磁性下地層の諸特性を表8に示す。

【0168】

＊【表8】

実施例 及び 比較例	非磁性塗料の製造		塗料特性	非磁性下地層の特性					
	非磁性粒 子の種類	粉末／ 樹脂の重 量比  (-)	粘度  (cP)	カレンダー前				カレンダー後	塗膜  収縮率  (%)
				膜厚  (μm)	光沢度  (%)	Ra  (nm)	ヤング率 (相対値) (-)	膜厚  (μm)	
実施例9	実施例1	5.0	2,362	3.81	208	6.4	133	3.31	13.1
＃ 10	＃ 2	5.0	3,381	3.77	206	6.2	135	3.27	13.3
＃ 11	＃ 3	5.0	2,201	3.82	213	6.0	134	3.30	13.6
＃ 12	＃ 4	5.0	3,864	3.90	209	5.8	136	3.36	13.8
＃ 13	＃ 5	5.0	1,873	3.78	213	6.2	136	3.27	13.5
＃ 14	＃ 6	5.0	3,162	3.86	216	6.0	138	3.32	14.0
＃ 15	＃ 7	5.0	1,965	3.89	223	5.8	138	3.35	13.9
＃ 16	＃ 8	5.0	3,663	3.84	228	5.4	141	3.28	14.6
比較例7	比較例1	5.0	5,124	3.95	177	8.8	122	3.68	6.8
＃ 8	＃ 2	5.0	4,833	3.92	180	8.7	121	3.64	7.1
＃ 9	＃ 3	5.0	4,620	3.88	182	8.5	122	3.60	7.2
＃ 10	＃ 4	5.0	914	3.77	181	8.4	124	3.55	5.8
＃ 11	＃ 5	5.0	384	3.51	193	7.0	126	3.33	5.1
＃ 12	＃ 6	5.0	9,864	3.64	144	10.5	122	3.36	7.7
＃ 13	ゲータイトA	5.0	10,520	3.84	138	11.2	121	3.59	6.5

## 【0169】磁性粒子粉末(1)～(3)：磁性粒子粉

末として表9に示す特性を有する磁性粒子粉末(1)～

(3)を用いた。

＊【0170】

【表9】

※

磁性粒子	種類	磁性粒子粉末の特性						
		平均 長軸径 ( $\mu$ m)	平均 短軸径 ( $\mu$ m)	軸比 (板状比) (-)	保磁力値		飽和磁化値	
					(kA/m)	(Oe)	(Am <sup>2</sup> /kg)	(emu/g)
磁性粒子(1)	鉄を主成分とする金属磁性粒子	0.153	0.0184	8.3	128.1	1,610	131.3	131.3
磁性粒子(2)	鉄を主成分とする金属磁性粒子	0.101	0.0129	7.8	147.5	1,853	136.0	136.0
磁性粒子(3)	バリウムフェライト粒子 (Ti/Fe=1.5mol%,Ni/Fe=2.8mol%)	0.032	0.0090	3.6	205.9	2,587	50.1	50.1

## 【0171】＜磁気記録媒体の製造＞

実施例17～24、比較例14～20：非磁性下地層の種類及び磁性粒子の種類を種々変化させた以外は、前記発明の実施の形態と同様にして磁気記録媒体を得た。

40 【0172】このときの製造条件及び得られた磁気記録媒体の諸特性を表10及び表11に示す。

【0173】

【表10】

実施例 及び 比較例	磁気記録媒体の製造						
	非磁性下 地層の種 類	磁性粒子 の種類	粉末/ 樹脂の 重量比 (-)	磁性層 の膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	カレンダー前 の塗布層 の全厚 ( $\mu\text{m}$ )	カレンダー後 の塗布層 の全厚 ( $\mu\text{m}$ )	塗膜の 収縮率 (%)
実施例17	実施例9	磁性粒子(1)	5.0	1.05	4.86	4.29	11.7
" 18	" 10	" (1)	5.0	1.06	4.83	4.26	11.8
" 19	" 11	" (1)	5.0	1.07	4.89	4.31	11.9
" 20	" 12	" (1)	5.0	1.09	4.99	4.38	12.2
" 21	" 13	" (1)	5.0	1.08	4.86	4.26	12.3
" 22	" 14	" (1)	5.0	1.13	4.99	4.36	12.6
" 23	" 15	" (2)	5.0	1.12	5.01	4.39	12.4
" 24	" 16	" (3)	5.0	1.01	4.85	4.26	12.2
比較例14	比較例7	" (1)	5.0	1.13	5.08	4.76	6.3
" 15	" 8	" (1)	5.0	1.09	5.01	4.68	6.6
" 16	" 9	" (1)	5.0	1.11	4.99	4.65	6.8
" 17	" 10	" (1)	5.0	1.10	4.87	4.61	6.3
" 18	" 11	" (1)	5.0	1.08	4.86	4.58	5.8
" 19	" 12	" (1)	5.0	1.02	4.63	4.31	6.9
" 20	" 13	" (1)	5.0	1.03	4.79	4.50	6.1

【0174】

\* \* 【表11】

実施例 及び 比較例	磁気記録媒体の特性									
	保磁力値		Br/Bm	光沢度	Ra	ヤング 率 (相対値)	耐久性		腐食性	
	(kA/m)	(Oe)					走行 耐久性 (min)	すり傷 特性 (-)	保磁力値 の変化率 (%)	飽和磁化 値の変化 率 (%)
実施例17	136.1	1,710	0.88	228	6.0	134	---	---	---	---
" 18	136.9	1,720	0.89	232	5.7	138	25.6	B	---	---
" 19	136.6	1,716	0.89	231	5.6	136	---	---	5.3	6.2
" 20	136.3	1,713	0.89	237	5.5	136	27.5	A	6.4	6.9
" 21	135.7	1,705	0.90	234	5.6	138	---	---	---	---
" 22	134.7	1,693	0.90	239	5.3	139	30 ↑	A	---	---
" 23	152.3	1,914	0.89	230	5.8	138	---	---	3.8	4.3
" 24	208.2	2,616	0.88	226	5.9	140	27.8	A	2.1	2.6
比較例14	134.6	1,692	0.85	189	9.1	123	---	---	---	---
" 15	134.7	1,693	0.85	190	8.8	124	---	---	---	---
" 16	135.4	1,701	0.85	191	8.7	124	---	---	---	---
" 17	135.1	1,698	0.86	193	8.7	126	---	---	---	---
" 18	135.1	1,667	0.87	207	6.8	126	---	---	---	---
" 19	134.6	1,673	0.84	194	7.8	123	---	---	---	---
" 20	134.3	1,682	0.82	188	9.7	120	---	---	---	---

【0175】

【発明の効果】本発明に係る非磁性下地層用ヘマタイト粉末を用いた場合、表面平滑性に優れた非磁性下地層を得ることができ、該非磁性下地層を用いて磁気記録媒体とした場合、表面平滑性に優れた磁気記録媒体とするこ

とができるので、非磁性下地層を有する磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粉末として好適である。

【0176】また、本発明に係る磁気記録媒体は、上述した通り、表面平滑性に優れているので高密度磁気記録媒体として好適である。

フロントページの続き

(72)発明者 森井 弘子  
広島県大竹市明治新開 1 番 4 戸田工業株  
式会社大竹創造センター内

F ターム(参考) 4G002 AA03 AB02 AB05 AD04 AE03  
5D006 CA01 CA05 EA00 FA09